

011556195

WPI Acc No: 1997-532676/199749

XRAM Acc No: C97-169950

Cream-form hair colouring lipophilic agent - contains acid dye and modified siloxane copolymer as emulsifier.

Patent Assignee: GOLDSCHMITT JAPAN KK TH (GOLD); KASHII KAGAKU KOGYO KK (KASH-N)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 9255540	A	19970930	JP 9693529	A	19960322	199749 B
JP 2805058	B2	19980930	JP 9693529	A	19960322	199844

Priority Applications (No Type Date): JP 9693529 A 19960322

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 9255540	A	5	A61K-007/13	
JP 2805058	B2	5	A61K-007/13	Previous Publ. patent JP 9255540

Abstract (Basic): JP 9255540 A

The agent is of lipophilic type and contains acid dye and modified siloxane copolymer of formula (1) as emulsifier. where a= 5-50; b= 1-15; c= 20-150; X= 3-11; Y= 4-13.

ADVANTAGE - The agent has superior dispersion stability and colouring power of hair and low stimulative property against skin.

Dwg. 0/0

Title Terms: CREAM; FORM; HAIR; COLOUR; LIPOPHILIC; AGENT; CONTAIN; ACID; DYE; MODIFIED; SILOXANE; COPOLYMER; EMULSION

Derwent Class: A26; A96; D21

International Patent Class (Main): A61K-007/13

File Segment: CPI

Derwent WPI (Dialog® File 352): (c) 2002 Thomson Derwent. All rights reserved.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 9 - 2 5 5 5 4 0

(43) 公開日 平成 9 年 (1 9 9 7) 9 月 3 0 日

(51) Int. Cl. ⁶

A61K 7/13

識別記号

庁内整理番号

F 1

A61K 7/13

技術表示箇所

審査請求 有 請求項の数 3 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平 8 - 9 3 5 2 9

(22) 出願日 平成 8 年 (1 9 9 6) 3 月 2 2 日

(71) 出願人 5 9 6 0 5 2 2 3

香椎化学工業株式会社

大阪府大阪市城東区成育 2 丁目 1 4 番 2 4 号

(71) 出願人 5 9 4 0 8 4 8 5 9

テー・ゴールドシュミット・ジャパン株式会社

東京都千代田区麹町 5 - 7 - 1 1 1 3

(72) 発明者 原田守男

大阪府大阪市城東区成育 2 丁目 1 4 番 2 4 号 香椎化学工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 山田 豊

最終頁に続く

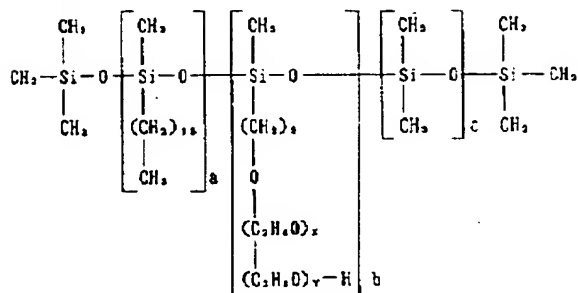
(54) 【発明の名称】 クリーム状染毛剤

(57) 【要約】

【課題】 頭皮には染まりにくく、しかも染毛力、安定性が優れ、低刺激性のクリーム状染毛剤を提供する。

【解決手段】 酸性染料を含む親油性のクリーム状染毛剤で、下記の一般式：

【化 1】



上式にて、a : 5 ~ 50 b : 1 ~ 15 c : 20 ~ 150
X : 3 ~ 11 Y : 4 ~ 13

で表される変性シロキサン共重合体を乳化剤として含む。このような変性シロキサン共重合体のうち、特に好ましいものは、ジメチルシロキサン・メチルセチルシロ

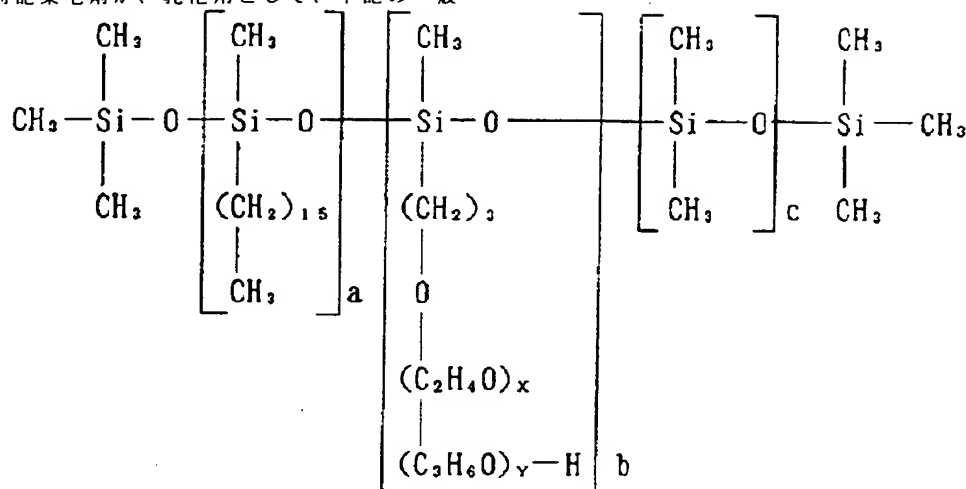
キサン・メチル（ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン）シロキサン共重合体（56 E. O.）（68 P. O.）である。本発明では、油相部の含有率が 15 ~ 25 % で、水相部の含有率が 75 ~ 85 % であり、水相部にはベンジルアルコールが含まれ、前記変性シロキサン共重合体の配合割合は、染毛剤全体の 1.5 ~ 2.5 重量%であることが好ましい。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 酸性染料を含む親油型のクリーム状染毛剤であって、前記染毛剤が、乳化剤として、下記的一般

式：

【化 1】

上式にて、 $a : 5 \sim 50$ $X : 3 \sim 11$ $b : 1 \sim 15$ $Y : 4 \sim 13$ $c : 20 \sim 150$

で表される変性シロキサン共重合体を含有することを特徴とするクリーム状染毛剤。

【請求項 2】 前記クリーム状染毛剤における油相部の含有率が 15～25%で、水相部の含有率が 75～85%であり、前記水相部がベンジルアルコールを含むことを特徴とする請求項 1 記載のクリーム状染毛剤。

【請求項 3】 前記変性シロキサン共重合体の配合割合が、前記染毛剤全体の 1.5～2.5 重量%であることを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 記載のクリーム状染毛剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、頭皮への染着性がほとんどなく、しかも染毛力、安定性が優れ、低刺激性のクリーム状染毛剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来の酸性染料による染毛剤は、ヒドロキシエチルセルロース又はヒドロキシプロピルセルロースのような粘性剤（増粘剤）を使用して、頭髮に親和性のある粘性ゲルで毛髪を染めるものである。しかし、これらの染毛剤は、毛髪と同じく頭皮などに付くと強く染着してシャンプー剤や石鹸を用いても落ちにくく、頭皮に付着した染毛剤を除去するにはアルカリ性の強い除去液が必要であるという問題点があった。又、毛根部付近まで染めようとする時には、どうしても頭皮にも付き易くなり、その結果、染料による直接的な刺激や除去液による刺激、また拭き取りによる物理的な刺激や頭皮又は毛髪の損傷への恐れがあった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上述の従来の酸性染料を含む染毛剤における問題点を解決し、頭皮には染まりにくく、しかも染毛力、安定性が優れ、低刺激性のクリーム状染毛剤を提供することを課題とする。本発明者は、種々の乳化剤について検討を行った結果、染毛剤において通常のワックス類、エステル類、その他の油剤等を使用してなる油相部に、更に乳化剤として特定の化学構造を有する変性シロキサン共重合体を添加して加熱溶解し、得られた溶液を特定温度にまで冷却した後、酸性染料、ベンジルアルコール等の染色助剤類と、精製水の水相部を添加し、攪拌混合することによって、安定な親油型クリーム状染毛剤が容易に作成できることを見出し、しかも、この親油型クリーム状染毛剤が、頭皮には染まりにくく、刺激性の少ない良好な染毛剤であることを見出して、本発明を完成するに至った。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明のクリーム状染毛剤は、酸性染料を含む親油型のものであって、前記染毛剤が、乳化剤として、下記的一般式：

【0005】

【化 1】

【0006】で表される変性シロキサン共重合体を含有することを特徴とする。又、本発明は、前記クリーム状染毛剤における油相部の含有率が 15～25%で、水相部の含有率が 75～85%であり、前記水相部がベンジルアルコールを含むことを特徴とするものでもある。更に、本発明は、前記変性シロキサン共重合体の配合割合が、前記染毛剤全体の 1.5～2.5 重量%であることを特徴とするものでもある。

【 0 0 0 7 】

【発明の実施の形態】本発明のクリーム状染毛剤において乳化剤として含有される変性シロキサン共重合体は、上述の一般式で表されるジメチルシロキサン・メチルセチルシロキサン・メチル（ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン）シロキサン共重合体（CTFA名：Cetyl Dimethicone copolyol）であり、市販品が利用できる。前記一般式の変性シロキサン共重合体のうち、特に好ましいものは、ジメチルシロキサン・メチルセチルシロキサン・メチル（ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン）シロキサン共重合体（56E、O.）（68P、O.）で、例えば、ABIL EM-90（ゴールドシュミット社製商品名）等が挙げられる。上記一般式におけるa、b、c、X及びYの数値範囲は特に重要であり、本発明において規定される各数値を有しない変性シロキサン共重合体の場合には、良好な乳化性が得られない。

【0008】前記一般式で表される変性シロキサン共重合体は、高い乳化安定力を有しており、少量の添加で染毛剤に優れた粘性を付与し、毛髪へのなじみが良く、心地よい塗布感をもたらす。この変性シロキサン共重合体の配合割合は、染毛剤全体の1.5～2.5重量%であることが好ましく、1.5重量%よりも極端に配合割合が小さい場合には乳化力が不足し、逆に2.5重量%よりも極端に配合割合が大きい場合には、粘度が大きくなり過ぎて心地よい塗布感が得られない。

【0009】本発明のクリーム状染毛剤における油相部（油分）は、染毛剤全体の15～25%を占めており、通常の化粧品、特に化粧用クリームの製造において油相として使用される原料から構成されている。このような油性原料の具体例としては、蜜蝋、流動パラフィン、スクワラン、パラフィンワックス、脂肪酸エステル等が挙げられる。一方、水相部（水分）は、染毛剤全体の75～85%を占めており、この水相部には、水以外に染色助剤としてベンジルアルコールが含まれ、ベンジルアルコールの配合割合は3～6%程度が好ましい。又、本発明の染毛剤は、毛髪を染色するための染料として酸性染料を含み、この酸性染料の配合割合としては0.2～1%程度が好ましい。この際、本発明の染毛剤に添加可能な酸性染料は、化粧品の着色に使用することが許可されているものが種々利用でき、酸性染料を適宜選択することによって、毛髪を所望の色に染色することが可能である。更に、添加剤としてポリペプチド等の通常の添加剤を含有しても良い。

【0010】本発明のクリーム状染毛剤は、このような乳化剤の作用によって、頭皮に染毛剤が付着したままで加温しても、より強く頭皮が染着されず、しかも、頭皮に付着した染毛剤については、市販のシャンプー剤や石鹸を用いて洗浄することによって、ほぼ完全に除去することができる。本発明の染色剤を用いて毛髪を染色する

のに要する時間については、水性の染毛剤を使用する場合に比べて長くなり、常温で約1時間程度、加温（50℃）で約20分程度で毛髪を均一に染色することが可能である。

【0011】尚、本発明の染毛剤は油性であるために外気に触れても乾燥しにくく、よって、キャップなしでも加熱可能であり、取扱易いという利点がある。更に、本発明の染毛剤は油性であるために、濡れた状態の毛髪に対しても乾いた状態の毛髪に対しても付着し易く、重ね染めが可能であり、段階的に色に変化を持たせた多色染を行うことができ、例えば黄／赤／黒等の多色染が可能である。又、本発明の染毛剤は、アクセサリ的な毛染めを容易に実施するのにも適している。

【0012】本発明のクリーム状染毛剤を製造する際には、まず、染毛剤において通常使用されるワックス類、エステル類、その他の油剤等に、前記一般式の変性シロキサン共重合体を添加して加熱溶解し、得られた溶液を50～55℃程度の温度にまで冷却した後、酸性染料、ベンジルアルコール等の染色助剤類と、精製水の水相部を添加し、攪拌混合して、乳化を行う。この際、本発明で規定される乳化剤以外のものを使用すると、高温で乳化することが必要となるだけでなく、水相部が60%以上ではクリーム状の油中水型乳化物を安定して得ることができないという問題が生じる。又、油相部の割合が大きい場合には、染色しにくく、高温で乳化することは好ましくないという問題点も生じる。

【0013】尚、本発明のクリーム状染毛剤を製造する場合には、油相部に水相部を添加して乳化を行う際、十分な均質化が必要であるが、過度な乳化は避けなければならない。過剰乳化によって二次的構造が形成された場合には、経時安定性が悪い製品となる。このような問題を避けるために、上記の乳化を行う際には、化粧品の製造において多用されている乳化機を使用する。以下、本発明を更に具体的に示すために実施例及び使用例を示す。

【 0 0 1 4 】

【実施例】

実施例1：本発明のクリーム状染毛剤の調製例

メチルパラベン0.2重量部、プロピルパラベン0.1重量部、パルミチン酸イソプロピル3.0重量部、イソオクタン酸セチル3.0重量部、流動パラフィン7重量部、スクワラン3.0重量部、変性シロキサン共重合体（ゴールドシュミット社製のABIL EM-90）2.0重量部、パラフィンワックス3.0重量部、蜜蝋0.5重量部を80℃まで加熱融解した後、55～50℃まで冷却し、この混合物にベンジルアルコール5重量部、N-メチル-2-ピロリドン4重量部、塩化ナトリウム0.5重量部、クエン酸2重量部、酸性染料0.5重量部、95%エチルアルコール7.0重量部、精製水59.2重量部を50℃まで加熱溶解したものを添加して、均一に乳化して本発明のクリーム状染毛剤(1)を得

た。

【 0 0 1 5 】 実施例 2 : 本発明のクリーム状染毛剤の調製例

メチルバラベン 0 . 2 重量部、プロピルバラベン 0 . 1 重量部、ミリスチン酸イソプロピル 2 . 0 重量部、イソオクタン酸セチル 3 . 5 重量部、流動パラフィン 1 3 重量部、変性シロキサン共重合体（ゴールドシュミット社製の A B I L E M - 9 0 ） 2 . 5 重量部、パラフィンワックス 3 . 5 重量部、密蝋 1 . 0 重量部を 8 5 ° C まで加熱融解した後、5 5 ~ 5 0 ° C まで冷却し、この混合物にベンジルアルコール 4 重量部、N - メチル - 2 - ピロリドン 6 重量部、塩化ナトリウム 1 . 0 重量部、リン酸（ 8 5 % ） 0 . 8 重量部、酸性染料 0 . 6 重量部、9 5 % エチルアルコール 7 . 0 重量部、精製水 5 5 . 8 重量部を 5 0 ° C まで加熱溶解したものを添加して、均一に乳化して本発明のクリーム状染毛剤 (I I) を得た。

【 0 0 1 6 】 比較例 : 従来の酸性染料を含む水性ゲル状染毛剤の調製例

メチルバラベン 0 . 1 重量部を精製水 5 3 . 9 重量部に 8 5 ° C で溶解し、これに、ヒドロキシエチルセルロース 2 . 0 重量部を攪拌しながら添加して高粘性ゲルを作成し、常温まで放冷した。これにベンジルアルコール 5 . 0 重量部、N - メチル - 2 - ピロリドン 7 . 0 重量部、リン酸（ 8 5 % ） 0 . 5 重量部、酸性染料 0 . 5 重量部、エチルアルコール 8 . 0 重量部、精製水 2 3 . 0 重量部の染料液を混和して、水性ゲル状染毛剤を得た。

【 0 0 1 7 】 前記実施例 1 及び 2 で得た本発明のクリーム状染毛剤と、比較例の従来の染毛剤について、それぞれ（ 1 ）染毛力、（ 2 ）頭皮染着度、（ 3 ）安定性を試験した。各試験結果を以下に示す。

【 0 0 1 8 】 （ 1 ） 染毛力試験

予め市販のシャンプー剤を用いて洗浄し、風乾した小毛束に、本発明の染毛剤 (I) 及び (I I) と従来の染毛剤をそれぞれ塗布し、ポリエチレン製シートで覆い、5 0 ° C の湯浴に 2 0 分間浸漬して加温した後、更にシャンプー剤を用いて 2 回洗浄して風乾する。

【 0 0 1 9 】 実験結果

上記の染毛力試験を行ったところ、本発明のクリーム状染毛剤 (I) 及び (I I) の場合には、毛髪をソフトに染めることができ、十分な染毛力を有していることが確認された。一方、上記比較例に記載のゲル状染毛剤の場合には、上記の染毛条件において、本発明の染毛剤よりも毛髪が色濃く染まることが確認された。ただし、本発明の染毛剤 (I) 及び (I I) によっても、比較例の染毛剤と同様の濃さに毛髪を染めることが可能であり、この場合には、約 1 時間程度の染色時間が必要であった。

【 0 0 2 0 】 （ 2 ） 頭皮染着度試験

代替部位として手首の内側を使用して、前記染毛剤のそれぞれを直径約 2 0 m m 程度の大きさの範囲に、間隔をあけて塗布し、ポリエチレン製シートで覆い、約 5 分間

ドライヤーを当てて 5 0 ° C 近くに加温する。その後、市販のシャンプー剤と石鹸を用いて 3 分間ずつ洗浄する。

【 0 0 2 1 】 実験結果

a) シャンプー洗浄の場合

本発明のクリーム状染毛剤 (I) 及び (I I) は、シャンプー洗浄によって大部分が落ちたが、比較例のゲル状染毛剤は、ほとんど皮膚から落ちなかった。

b) 石鹸洗浄の場合

本発明のクリーム状染毛剤 (I) 及び (I I) は、石鹸洗浄によって完全に落ちたが、比較例のゲル状染毛剤は、大部分が皮膚に残った。これらの実験結果から、本発明のクリーム状染毛剤 (I) 及び (I I) はいずれも、頭皮への染着性がほとんどないことが確認された。

【 0 0 2 2 】 （ 3 ） 安定性試験

前記の本発明の染毛剤 (I) 及び (I I) を、5 ° C と 5 0 ° C の温度にてそれぞれ 7 日間保存し、経時安定性を観察したところ、性状の変化は見られなかった。又、本発明の染毛剤 (I) 及び (I I) を直接水に入れて沸騰させた場合にも、沸騰水が僅かに着色する程度で、クリームの状態は変わらず、温度及び水に対して極めて安定であることが確認された。

【 0 0 2 3 】 次に、本発明のクリーム状染毛剤を用いて毛髪を染色する方法の一例について説明する。

①まず、通常のシャンプー剤で洗髪し、毛質によってタオルドライするか、ドライヤーを用いて乾燥させる。

②そして、櫛に染毛剤を取り、跳ねないように静かに櫛どきする。櫛どきを繰り返して髪全体に均一に塗布する。特に顔やこめかみの生え際は、頭皮に着くくらいに十分に塗布する。この際、毛髪への塗布量は多い程よく染まるだけでなく、整髪の要領で一通り着けばよく、毛量にもよるが普通のショートヘアの場合には約 1 5 g で足りる。

③塗布毛全体を 2 枚のサラン製フィルムで覆い、更にタオルとキャップで保温する。放置時間は常温時では最低 4 0 分間が必要で、時間を置く程よく染まり、約 1 時間を標準とする。また、加温（ 5 0 ° C ）時は約 2 0 分間で、この場合も時間が長いほど良く染まる。

④温湯（温度が高い程流れ落ち易い）をかけながら、染毛剤をできるだけ洗い流した後、シャンプー剤にて洗髪する。洗髪は 2 度洗う。

⑤本発明の染毛剤は油性であるので、しっとり感を付与することができ、シャンプー後の毛髪はしなやか感を有しているが、毛質によってはリンス剤又はヘアトリートメント剤を使用する。

【 0 0 2 4 】

【 発明の効果 】 本発明のクリーム状染毛剤は、乳化力が特に優れた変性シロキサン共重合体を乳化剤として含有しているので、乳化安定性が優れており、しかも、頭皮への染着性が低いにもかかわらず、毛髪への染着力が優れており、低刺激性であるという利点を有している。

7

又、本発明の染毛剤は油性であるために、毛髪へのなじみが良く、少ない塗布量で毛髪を均一に染色することが

8

でき、重ね染めが可能であるので、多色染にも適している。

フロントページの続き

(72)発明者 田中 稔

大阪府大阪市城東区成育 2 丁目 1 4 番 2 4
号 香椎化学工業株式会社内